SNI

Standar Nasional Indonesia

SNI 06-6989.45-2005

Air dan air limbah – Bagian 45 : Cara uji kadar timbal (Pb) dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) secara ekstraksi

ICS 13.060.01

Badan Standardisasi Nasional

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2005

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi i

Prakata ii

1 Ruang lingkup 1

2 Istilah dan definisi 1

3 Cara uji 2

4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu 4

5 Rekomendasi 4

Lampiran A Pelaporan 5

Bibliografi 6

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2005

Prakata

SNI ini merupakan hasil kaji ulang dan revisi dari SNI 06-2518-1991, *Metode pengujian kadar timbal dalam air dengan alat spektrofotometer serapan atom secara ekstraksi*. SNI ini menggunakan referensi dari metode standar internasional yaitu *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater,* 20th Edition (1998), 3111A and 3111C, editor L. S. Clesceri, A.E. Greenberg, A.D. Eaton, APHA, AWWA and WEF, Washington DC. SNI ini telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi dan verifikasi metode serta dikonsensuskan oleh Subpanitia Teknis *Kualitas Air* dari Panitia Teknis 207S, Panitia Teknis *Sistem Manajemen Lingkungan* dengan para pihak terkait.

Standar ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis, pemerintah terkait dari pusat maupun daerah pada tanggal 3 – 4 November 2004 di Depok.

Dengan ditetapkannya SNI 06-6989.45-2005 ini, maka penerapan SNI 06-2518-1991 dinyatakan tidak berlaku lagi. Pemakai SNI agar dapat meneliti validasi SNI yang terkait dengan metode ini, sehingga dapat selalu menggunakan SNI edisi terakhir.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Air dan air limbah – Bagian 45 : Cara uji kadar timbal (Pb) dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) secara ekstraksi

1 Ruang lingkup

Cara uji ini digunakan untuk penentuan kadar timbal dalam air dan air limbah secara ekstraksi dan diukur menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)-nyala dengan kisaran kadar 0,1 mg/L sampai 2,0 mg/L pada panjang gelombang 283,3 nm.

2 Istilah dan definisi

2.1
timbal terlarut
timbal dalam air yang dapat lolos melalui saringan membran berpori 0,45 μm

2.2
timbal total
banyaknya timbal yang terlarut dan tersuspensi dalam air

2.3
kurva kalibrasi
grafik yang menyatakan hubungan kadar larutan baku dengan hasil pembacaan serapan yang merupakan garis lurus

2.4
larutan induk timbal
larutan yang mempunyai kadar timbal 1000 mg/L, yang digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang lebih rendah

2.5
larutan baku timbal
larutan induk timbal yang diencerkan dengan larutan pengencer sampai kadar tertentu

2.6
larutan kerja timbal
larutan baku timbal yang diencerkan, digunakan untuk membuat kurva kalibrasi

2.7
larutan blanko
air suling yang diasamkan atau diperlakukan sama dengan contoh uji

2.8
larutan pengencer
larutan yang digunakan untuk membuat larutan baku dan larutan kerja dengan cara menambahkan asam nitrat pekat 1,5 mL ke dalam setiap 1 L air suling

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Ion timbal bereaksi dengan Amonium Pirolidin Ditiokarbamat (APDK) pada pH 0,1 sampai dengan pH 6 (pH optimum 2,3 ± 0,2), membentuk senyawa kompleks. Senyawa yang terbentuk diekstraksi dengan pelarut organik Metil Iso Butil Keton (MIBK). Kompleks timbal-APDK yang ada dalam fase organik, diukur serapannya dengan SSA-nyala menggunakan udara-asetilen.

3.2 Bahan

a) air bebas logam;
b) larutan induk timbal 1000 mg/L;
c) larutan asam nitrat (HNO_3) pekat;
d) asam nitrat (HNO_3) 1 N;
e) larutan Amonium Pirolidin Ditio Karbamat (APDK) 4%;
f) larutan natrium hidroksida (NaOH) 1 N;
g) larutan asam klorida (HCl) 1 N;
h) Metil Iso Butil Keton (MIBK);
i) serbuk natrium sulfat anhidrat (Na_2SO_4);
j) gas asetilen (C_2H_2); dan
k) udara.

3.3 Peralatan

a) Spektrofotometer Serapan Atom (SSA);
b) pH meter ketelitian 0,1 dan telah dikalibrasi pada saat digunakan;
c) corong pemisah 500 mL;
d) labu ukur 100 mL dan 1000 mL;
e) gelas piala 100 mL;
f) gelas ukur 100 mL;
g) pipet volumetrik 1,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL dan 20,0 mL;
h) pipet ukur 10 mL;
i) alat penyaring dengan ukuran pori 0,45 µm, dilengkapi dengan *filter holder* dan pompa;
j) kertas saring;
k) botol gelas 200 mL; dan
l) tabung bertutup asah.

3.4 Pengawetan contoh uji

Bila contoh uji tidak dapat segera dianalisis, maka contoh uji diawetkan dengan menambahkan HNO_3 pekat sampai pH kurang dari 2 dengan waktu penyimpanan maksimal 6 bulan.

CATATAN Bila Pb terlarut yang akan dianalisis, maka penambahan asam nitrat dilakukan setelah penyaringan.

3.5 Persiapan pengujian

3.5.1 Persiapan contoh uji

Siapkan benda uji dengan tahapan sebagai berikut:
a) ambil 125 mL contoh uji secara duplo dan masukkan masing-masing ke dalam botol gelas 200 mL;

© BSN 2005

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

b) tepatkan pH contoh uji dengan pH meter menjadi 2,3 ± 0,2 dengan cara menambahkan larutan HNO_3 1 N atau larutan NaOH 1 N.

3.5.2 Pembuatan larutan baku timbal 100 mg/L

a) pipet 10 mL larutan induk timbal 1000 mg/L dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL;
b) tambahkan air suling hingga tanda tera dan dihomogenkan.

3.5.3 Pembuatan larutan baku timbal 10 mg/L

a) pipet 10 mL larutan induk timbal 100 mg/L dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL;
b) tambahkan air suling hingga tanda tera dan dihomogenkan.

3.5.4 Pembuatan larutan kerja timbal

a) pipet 0 mL; 1,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL dan 20,0 mL larutan baku timbal 10 mg/L dan masukkan masing-masing ke dalam labu ukur 100 mL;
b) tambahkan larutan pengencer sampai tanda tera kemudian dihomogenkan sehingga diperoleh kadar timbal 0,0 mg/L; 0,1 mg/L; 0,5 mg/L; 1,0 mg/L dan 2,0 mg/L.

3.6 Prosedur kerja dan pembuatan kurva kalibrasi

3.6.1 Pembuatan kurva kalibrasi

a) optimalkan alat SSA sesuai dengan petunjuk penggunaan alat;
b) tepatkan pH larutan baku dengan pH meter menjadi 2,3 ± 0,2 dengan cara menambahkan larutan HNO_3 1 N atau larutan NaOH 1 N;
c) masukkan 100 mL larutan baku tersebut ke dalam corong pemisah;
d) tambahkan 1 mL larutan APDK dan kocok;
e) tambahkan lagi 10 mL MIBK dan kocok kuat-kuat selama 30 detik;
f) biarkan sampai terjadi pemisahan fase antara lapisan organik dan lapisan air;
g) buang lapisan airnya melalui cerat;
h) pindahkan lapisan organiknya ke dalam tabung gelas yang bertutup asah;
i) apabila berbusa banyak, saring lapisan organik tersebut melalui kertas saring yang diberi serbuk Na_2SO_4 anhidrat;
j) ukur serapan dari masing-masing larutan kerja yang telah dibuat pada panjang gelombang 283,3 nm;
k) buat kurva kalibrasi dari data j) di atas, atau tentukan persamaan garis lurusnya.

3.6.2 Prosedur uji

a) ambil 100 mL contoh uji dan masukkan ke dalam corong pemisah;
b) tambahkan 1 mL larutan APDK dan kocok;
c) tambahkan lagi 10 mL MIBK dan kocok selama 30 detik;
d) tunggu sampai terjadi pemisahan fasa antara lapisan organik dan lapisan air;
e) buang lapisan airnya melalui cerat;
f) pindahkan lapisan organiknya ke dalam tabung gelas yang bertutup asah;
g) apabila berbusa banyak, saring lapisan organik tersebut melalui kertas saring yang diberi serbuk Na_2SO_4 anhidrat;
h) ukur serapan dari larutan contoh uji diatas pada panjang gelombang 283,3 nm..

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

3.7 Perhitungan

Kadar timbal (mg/L) = C X fp

dengan pengertian:
C adalah kadar yang didapat dari hasil pengukuran (mg/L);
fp adalah faktor pengenceran.

4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

4.1 Jaminan mutu

a) Gunakan bahan kimia *pro analysis* (p.a).
b) Gunakan alat gelas bebas kontaminan.
c) Gunakan alat ukur yang terkalibrasi.
d) Dikerjakan oleh analis yang kompeten.
e) Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum.

4.2 Pengendalian mutu

a) Koefisien korelasi (r) lebih besar atau sama dengan 0,95 dengan intersepsi lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.
b) Lakukan analisis blanko untuk kontrol kontaminasi.
c) Lakukan analisis duplo untuk kontrol ketelitian analisis.
d) Jika perbedaan persen relatif hasil pengukuran lebih besar atau sama dengan 10% maka dilakukan pengukuran ketiga.

5 Rekomendasi

Kontrol akurasi

a) Analisis CRM
Lakukan analisis *Certified Reference Material* (CRM) untuk kontrol akurasi.
b) Analisis *blind sample.*
c) Kisaran persen temu balik adalah 85% sampai dengan 115% atau sesuai dengan kriteria dalam sertifikat CRM.
d) Untuk kontrol gangguan matrik lakukan analisis spike matrik. Kisaran persen temu balik adalah 85% sampai dengan 115%.
e) Buat *control chart* untuk akurasi analisis.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Lampiran A

(normatif)

Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

1) Parameter yang dianalisis.
2) Nama analis.
3) Tanggal analisis.
4) Rekaman hasil pengukuran duplo, triplo dan seterusnya.
5) Rekaman kurva kalibrasi.
6) Nomor contoh uji.
7) Tanggal penerimaan contoh uji.
8) Batas deteksi.
9) Rekaman hasil perhitungan.
10) Hasil pengukuran persen spike matrik dan CRM atau *blind sample* (bila dilakukan).
11) Kadar analit contoh uji.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2005

Bibliografi

L. S. Clesceri, A.E. Greenberg, A.D. Eaton, *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater,* 20th Edition (1998), 3111A and 3111C, APHA, AWWA and WEF, Washington DC.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2005

“Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2005

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.or.id

© BSN 2005